

PCTWELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

| | | |
|---|--|--|
| (51) Internationale Patentklassifikation ⁷ : B01D 3/06, 19/00, C08G 64/40 | A1 | (11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/64554 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 2. November 2000 (02.11.00) |
| (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/03216 (22) Internationales Anmeldedatum: 11. April 2000 (11.04.00) (30) Prioritätsdaten: 199 18 728.2 24. April 1999 (24.04.99) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): BAYER AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; D-51368 Leverkusen (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): ELSNER, Thomas [DE/DE]; Haus-Endt-Strasse 205, D-40593 Düsseldorf (DE). HEUSER, Jürgen [DE/DE]; Minkweg 29a, D-47803 Krefeld (DE). KORDS, Christian [DE/DE]; Am Oberfeld 39, D-47829 Krefeld (DE). (74) Gemeinsamer Vertreter: BAYER AKTIENGE- SELLSCHAFT; D-51368 Leverkusen (DE). | (81) Bestimmungsstaaten: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht. | |

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR EVAPORATING POLYMER SOLUTIONS OF THERMOPLASTIC POLYMERS, AND A POLYCARBONATE WHICH CAN BE OBTAINED BY EVAPORATION

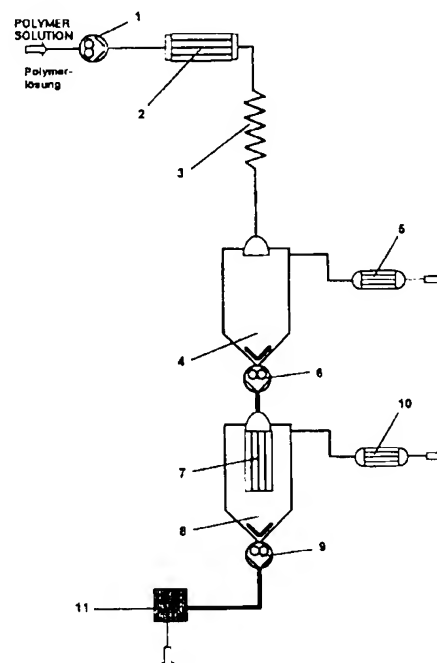
(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM EINDAMPFEN VON POLYMERLÖSUNGEN THERMOPLASTISCHER POLYMERER SOWIE POLYCARBONAT ERHÄLTICH DURCH EINDAMPFEN

(57) Abstract

The invention relates to a multi-stage, continuous method for evaporating polymer solutions, in particular, thermoplastic polymers using indirect heat exchange, whereby the polymer solution is guided through heat exchangers, in particular, tubular heat exchangers containing a separator which is connected downstream. The invention also relates to a device for carrying out said method, in addition to a polycarbonate, treated according to the method with a residual content of bisphenol A of < 5 ppm.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein mehrstufiges kontinuierliches Verfahren zum Eindampfen von Polymerlösungen insbesondere thermoplastischer Polymere durch indirekten Wärmeaustausch unter Durchleitung der Polymerlösung durch Wärmetauscher, insbesondere Rohrbündelwärmetauscher, mit nachgeschaltetem Abscheider, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens. Weiterhin betrifft die Erfindung Polycarbonat, behandelt nach dem erfindungsgemässen Verfahren mit einem Restgehalt an Bisphenol A von < 5 ppm.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

| | | | | | | | |
|----|------------------------------|----|-----------------------------|----|-----------------------------|----|------------------------|
| AL | Albanien | ES | Spanien | LS | Lesotho | SI | Slowenien |
| AM | Armenien | FI | Finnland | LT | Litauen | SK | Slowakei |
| AT | Österreich | FR | Frankreich | LU | Luxemburg | SN | Senegal |
| AU | Australien | GA | Gabun | LV | Lettland | SZ | Swasiland |
| AZ | Aserbaidshan | GB | Vereinigtes Königreich | MC | Monaco | TD | Tschad |
| BA | Bosnien-Herzegowina | GE | Georgien | MD | Republik Moldau | TG | Togo |
| BB | Barbados | GH | Ghana | MG | Madagaskar | TJ | Tadschikistan |
| BE | Belgien | GN | Guinea | MK | Die ehemalige jugoslawische | TM | Turkmenistan |
| BF | Burkina Faso | GR | Griechenland | | Republik Mazedonien | TR | Türkei |
| BG | Bulgarien | HU | Ungarn | ML | Mali | TT | Trinidad und Tobago |
| BJ | Benin | IE | Irland | MN | Mongolei | UA | Ukraine |
| BR | Brasilien | IL | Israel | MR | Mauritanien | UG | Uganda |
| BY | Belarus | IS | Island | MW | Malawi | US | Vereinigte Staaten von |
| CA | Kanada | IT | Italien | MX | Mexiko | | Amerika |
| CF | Zentralafrikanische Republik | JP | Japan | NE | Niger | UZ | Usbekistan |
| CG | Kongo | KE | Kenia | NL | Niederlande | VN | Vietnam |
| CH | Schweiz | KG | Kirgisistan | NO | Norwegen | YU | Jugoslawien |
| CI | Côte d'Ivoire | KP | Demokratische Volksrepublik | NZ | Neuseeland | ZW | Zimbabwe |
| CM | Kamerun | | Korea | PL | Polen | | |
| CN | China | KR | Republik Korea | PT | Portugal | | |
| CU | Kuba | KZ | Kasachstan | RO | Rumänien | | |
| CZ | Tschechische Republik | LC | St. Lucia | RU | Russische Föderation | | |
| DE | Deutschland | LI | Liechtenstein | SD | Sudan | | |
| DK | Dänemark | LK | Sri Lanka | SE | Schweden | | |
| EE | Estland | LR | Liberia | SG | Singapur | | |

Verfahren und Vorrichtung zum Eindampfen von Polymerlösungen thermoplastischer Polymere sowie Polycarbonat erhältlich durch Eindampfen

Die Erfindung betrifft ein mehrstufiges kontinuierliches Verfahren zum Eindampfen
5 von Polymerlösungen insbesondere thermoplastischer Polymere durch indirekten
Wärmeaustausch unter Durchleitung der Polymerlösung durch Wärmetauscher,
insbesondere Rohrbündelwärmetauscher, mit nachgeschaltetem Abscheider, sowie
eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens. Weiterhin betrifft die Erfin-
dung Polycarbonat, behandelt nach dem erfindungsgemäßen Verfahren mit einem
10 Restgehalt an Bisphenol A von < 5 ppm.

Das Entfernen von flüchtigen Komponenten aus einer Polymerlösung ist einer der
letzten Verfahrensschritte bei der Herstellung vieler Polymere. Die zu entfernden
flüchtigen Bestandteile können entweder Lösungsmittel und/oder nicht polymeri-
15 sierte Monomere sein. Abhängig von der Größenordnung der Viskosität der Polymer-
lösung sind verschiedene Varianten zur Entfernung der flüchtigen Komponenten aus
der Polymerlösung bekannt, bei denen jeweils die Polymerlösung über die Ver-
dampfungstemperatur der flüchtigen Bestandteile erhitzt wird. Als Apparate sind
beispielsweise Dünnschichtverdampfer, Extruder und solche mit indirektem Wärme-
20 austausch bekannt.

Entscheidend bei der Erwärmung der Polymerlösung ist, dass das Polymer nicht
thermisch geschädigt wird. Die thermische Schädigung bewirkt unerwünschte Farb-
veränderungen oder die Anwesenheit von Stippen im Polymer.

25 So ist in der EP-A-0 150 225 ein Apparat beschrieben, der über zwei in Reihe ge-
schaltete Wärmetauscherpakete verfügt. Die Wärmetauscherpakete weisen horizontal
angeordnete rechteckige Kanäle auf, in denen die Polymerlösung entgast wird. Dieser
Apparat wird hauptsächlich für das zweistufige Aufheizen oder Kühlen viskoser
30 Polymerlösungen während der Reaktion eingesetzt, ist aber relativ aufwendig in der
Fertigung und im Betrieb.

Aus der EP-A1-0 451 602 ist ein Verfahren zum Aufkonzentrieren von Polymerlösungen bekannt, bei dem die vorerhitzte Lösung gedrosselt in ein gewendeltes Strömungsrohr entspannt wird und die konzentrierte Lösung in einem zweiten direkt nachgeschalteten Trockenapparat mit selbstreinigenden Elementen weiter aufkonzentriert wird. Das Verfahren hat den Nachteil, dass die Endkonzentration an Lösungsmittel im Polymer noch vergleichsweise hoch ist und dass die Verweilzeit in dem nachgeschalteten Trockenapparat zu lang ist. An den Innenwänden des Wendelrohres können sich Polymerpartikel festsetzen, die die Produktqualität vermindern.

10

Aufgabe dieser Erfindung ist es daher, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Entfernung von flüchtigen Komponenten aus einer Polymerlösung zur Verfügung zu stellen, die die Nachteile der aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren nicht aufweisen.

15

Diese Aufgabe konnte mit der Ausarbeitung und Bereitstellung des nachstehend näher beschriebenen erfindungsgemäßen Verfahrens gelöst werden. Außerdem konnte diese Aufgabe mit der Ausarbeitung und Bereitstellung der nachstehend näher beschriebenen erfindungsgemäßen Vorrichtungen gelöst werden. Außerdem konnte diese Aufgabe mit der Ausarbeitung und Bereitstellung des nachstehend näher beschriebenen erfindungsgemäßen Polycarbonats, das nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt worden war, gelöst werden.

20

Gegenstand der Erfindung ist ein mehrstufiges kontinuierliches Verfahren zum Eindampfen von Polymerlösungen insbesondere thermoplastischer Polymere durch indirekten Wärmeaustausch unter Durchleitung der Polymerlösung durch Wärmetauscher, insbesondere Rohrbündelwärmetauscher, mit nachgeschaltetem Abscheider, dadurch gekennzeichnet, dass

25

30 a) zunächst in einer einzigen Stufe oder mehreren einzelnen Stufen die Polymerlösung mit einem Polymeranteil von 5 bis 20 Gew.-% in einer

5 Kombination aus einem Rohrbündelwärmetauscher und einem Dünnschichtverdampfer, oder einem Schlangrohrverdampfer oder in einem Rohrbündelwärmetauscher jeweils mit nachgeschaltetem Abscheider bei einer Temperatur von 100 bis 250°C auf 60 bis 75 Gew.-% aufkonzentriert wird, wobei der Druck im Abscheider von etwa 0,1 bis 0,4 MPa beträgt,

10 b) in einer weiteren Stufe die Polymerlösung in einem Rohrbündelwärmetauscher mit nachgeschaltetem Abscheider bei einer Temperatur von 130 bis 350°C von 60 bis 75 Gew.-% auf mindestens 95 Gew.-%, insbesondere auf mehr als 98 Gew.-% aufkonzentriert wird, wobei der Rohrbündelwärmetauscher vertikale, beheizte gerade Rohre mit oder ohne eingebauten statischen Mischern mit einem inneren Durchmesser von 5 bis 30 mm, vorzugsweise von 5 bis 15 mm, einer Länge von 0,5 bis 4 m, bevorzugt von 1 bis 2 m, aufweist und der Durchsatz je Wärmetauscherrohr durch die Rohre 15 5 bis 30 kg/h, bevorzugt 15 bis 25 kg/h, beträgt bezogen auf das Polymer, wobei der Druck im Abscheider von 3 kPa bis 0,1 MPa, bevorzugt 5 kPa bis 0,1 MPa, beträgt und wobei in die dem Abscheider nachgeschaltete Austragsvorrichtung auf der Saugseite ein Schleppmittel, insbesondere Schleppgas, eingetragen wird, und

20

c) das entgaste Polymer anschließend isoliert und ggfs. granuliert wird.

Bevorzugt wird als Schleppmittel Stickstoff (N₂) verwendet. Es hat sich gezeigt, dass durch den Eintrag von Stickstoff der Restgehalt an flüchtigen Komponenten auf 25 < 500 ppm reduziert werden kann, ohne dass es weiterer apparativer Mittel bedarf.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin die Vorrichtung zum Eindampfen von Polymerlösungen, insbesondere thermoplastischer Polymere durch indirekten Wärmeaustausch unter Durchleitung der Polymerlösung durch Wärmetauscher, 30 insbesondere Rohrbündelwärmetauscher, mit nachgeschaltetem Abscheider, dadurch gekennzeichnet, dass

- a) die erste Stufe bzw. die ersten Stufen einen Rohrbündelwärmetauscher und/oder Schlangenrohrverdampfer (3) jeweils mit nachgeschaltetem Abscheider (4) aufweist bzw. aufweisen.

5

- b) die weitere Stufe einen Rohrbündelwärmetauscher (7) mit nachgeschaltetem Abscheider (8) aufweist, wobei der Rohrbündelwärmetauscher (7) vertikale beheizte gerade Rohre mit einem inneren Durchmesser von 5 bis 30 mm, vorzugsweise von 5 bis 15 mm, einer Länge von 0,5 bis 4 m, bevorzugt von 1 bis 2 m, aufweist und

10

- c) jeder Stufe eine Austragsvorrichtung (6, 9) zum Transport der Polymerlösung nachgeschaltet ist, wobei auf der Saugseite der Austragsvorrichtung der weiteren Stufe ein Schleppmittel, insbesondere Schleppgas, eingetragen wird.

15

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin Polycarbonat, behandelt nach dem erfindungsgemäßen Verfahren, gekennzeichnet durch einen Restgehalt an Bisphenol A (BPA) von kleiner 5 ppm.

- 20 Das erfindungsgemäße Verfahren kann zur Entfernung von flüchtigen Komponenten aus Lösungen beliebiger flüssiger oder schmelzfähiger Polymere und ähnlichen Substanzen eingesetzt werden.

- 25 Die flüchtigen Komponenten außer dem Lösungsmittel können sowohl nicht polymerisierte Monomere oder Oligomere als auch andere niedermolekulare Edukte sein. Ein bei der Herstellung von thermoplastischen Polymeren, insbesondere von Polycarbonat, häufig eingesetztes Lösungsmittel ist Methylenchlorid oder ein Gemisch aus Methylenchlorid und Chlorbenzol.

- 30 Vorzugsweise wird das erfindungsgemäße Verfahren jedoch zur Entgasung von thermoplastischen Polymeren eingesetzt. Diese Polymere umfassen alle Kunststoffe.

die unter dem Einfluss von Druck und Temperatur fließfähig werden. Beispielhaft seien hier Polycarbonat, Polystyrol, Polyphenylensulfid, Polyurethan, Polyamid, Polyester, Polyacrylat, Polymethacrylat, SAN-Harz und ihre Copolymere genannt. Ganz besonders eignet sich das Verfahren zum Installieren und Trocknen von Polycarbonatlösungen.

Polycarbonate, die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren besonders vorteilhaft verarbeitet werden können, sind sowohl Homopolycarbonate als auch Copolycarbonate. Die Polycarbonate können in grundsätzlich bekannter Weise linear oder verzweigt aufgebaut sein. Bis zu 80 Mol-%, vorzugsweise von 20 bis zu 50 Mol-%, der Carbonatgruppen in den geeigneten Polycarbonanten können durch aromatische Dicarbonsäureester-Gruppen ersetzt sein. Derartige Polycarbonate, die sowohl Säurereste der Kohlensäure als auch Säurereste von aromatischen Dicarbonsäuren in die Molekülkette eingebaut enthalten, sind, genau bezeichnet, aromatische Polyester-carbonate. Sie sollen unter dem Oberbegriff der thermoplastischen aromatischen Polycarbonate subsumiert werden.

Besonders bevorzugt werden mit dem erfindungsgemäßen Verfahren thermoplastische Polycarbonate mit einem mittleren Molekulargewicht M_v (ermittelt durch Messung der relativen Viskosität bei 25°C in CH_2Cl_2 und einer Konzentration von 0,5 g pro 100 ml CH_2Cl_2 von 12.000 bis 400.000, vorzugsweise von 18.000 bis 80.000 und insbesondere von 22.000 bis 60.000 behandelt. Ganz besonders bevorzugt ist Bisphenol-A-Homo-Polycarbonat mit den vorgenannten Eigenschaften.

Das nach dem Verfahren von Lösungsmittel befreite Polymer hat im geschmolzenen Zustand insbesondere eine Viskosität von 100 bis 5.000 Pas.

Ein Bisphenol-A-Homo-Polycarbonat, das nach diesem Verfahren behandelt wurde, weist bei Schmelztemperatur (320 °C) einen Restgehalt von Bisphenol A (BPA) von kleiner 5 ppm auf.

Die verwendeten Wärmetauscher, insbesondere die Rohrbündelwärmetauscher, weisen ein beliebiges, dem Fachmann grundsätzlich bekanntes Mittel zum Erhitzen der von Polymerlösung durchflossenen Kanäle oder Rohre auf eine Temperatur oberhalb der Verdampfungstemperatur der flüchtigen Komponenten auf. Diese Mittel sind beispielsweise Widerstandserhitzer oder ein Leitungsnetzwerk zum Transport einer Wärmetauscherflüssigkeit.

In weiterer Ausgestaltung der Erfindung wird die erste Stufe a) in einem Rohrbündelwärmetauscher durchgeführt, der Wärmetauscherrohre für die Polymerlösung mit einem inneren Durchmesser von 5 bis 30 mm, vorzugsweise von 5 bis 15 mm, und mit einer Länge von 0,5 bis 5 m, bevorzugt von 3 bis 4 m, aufweist und wobei der Durchsatz durch die Wärmetauscherrohre je Rohr 5 bis 30 kg/h, bevorzugt 15 bis 25 kg/h, bezogen auf das Polymer beträgt.

In alternativer Weiterbildung der Erfindung wird als Austragsvorrichtung eine Zahnradpumpe, eine Fangpumpe oder eine Austragswalze verwendet. Bevorzugt wird die Verwendung einer Zahnradpumpe vorgeschlagen, deren Stopfbuchse bzw. Wellenabdichtung so ausgebildet ist, dass dort der Eintrag des Schleppgases erfolgen kann.

Alle von der Polymerlösung berührten Teile, insbesondere der Wärmetauscher bzw. die Rohrbündelwärmetauscher können aus einem beliebigen Werkstoff gefertigt werden. Vorzugsweise werden jedoch diese Teile, insbesondere die Wärmetauscher aus einem eisenarmen Werkstoff mit einem Eisengehalt von höchstens 10% gefertigt. Besonders bevorzugt sind alle produktberührten Teile der Wärmetauscher aus Alloy 59 (2.4605), Inconell 686 (2.4606), Alloy-B2, Alloy-B3, Alloy B4, Alloy C-22, Alloy-C276, Alloy-C4 oder Alloy 625 gefertigt.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand einer ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel darstellenden Zeichnung näher erläutert.

In der schematisch dargestellten einzigen Figur fördert eine Pumpe 1, beispielsweise eine Zahnrad-, Kreisel- oder Schraubenspindelpumpe, die 5 bis 20 %ige Polymerlösung in einer ersten Stufe durch einen ersten Rohrbündelwärmetauscher 2 und einen Schlangrohrverdampfer 3 in den Sumpf eines Abscheiders 4. Im
5 Abscheider 4 werden die leichter flüchtigen Komponenten abgetrennt und in einem Kondensator 5 kondensiert.

Im dargestellten und insoweit bevorzugten Ausführungsbeispiel fördert eine Zahnradpumpe 6 die bereits aufkonzentrierte Polymerlösung (25 bis 40 Gew.-% Polymer)
10 durch einen weiteren Rohrbündelwärmetauscher und einem weiteren Schlangrohrverdampfer in einen weiteren Abscheider 8, wo die leichter flüchtigen Komponenten abgetrennt und in einem Kondensator 10 kondensiert werden. Die nun auf 60 bis 85 Gew.-% Polymer aufkonzentrierte Lösung wird dann von einer Zahnradpumpe 9 durch einen zweiten Rohrbündelwärmetauscher in den Sumpf eines Abscheiders 11
15 gefördert.

Um nun die auf mehr als 98 Gew.-% aufkonzentrierte Polymerlösung bis zu einem Gehalt an flüchtigen Bestandteilen < 500 ppm weiter aufzukonzentrieren, wird in die Saugseite einer weiteren Zahnradpumpe Stickstoff als Schleppgas eingetragen,
20 wodurch die gewünschte Reinheit der Polymerlösung erreicht wird.

Die im Sumpf 11 und der Zahnradpumpe entstehenden leichter flüchtigen Komponenten werden in einem Kondensator kondensiert. Die erfindungsgemäß entgaste Polymerschmelze wird von der Zahnradpumpe einer Granuliereinrichtung zugeführt.
25

Mit dem beschriebenen Verfahren lassen sich bei der Behandlung von Bisphenol-A-Homo-Polycarbonat bei einer Schmelztemperatur von ≤ 320 °C BPA-Restgehalt von 2 ppm, auf jeden Fall ≤ 5 ppm erreichen. Als Analysemethode für die BPA-Bestimmung wurde Gaschromatographie eingesetzt.
30

Patentansprüche

1. Mehrstufiges kontinuierliches Verfahren zum Eindampfen von Polymerlösungen durch indirekten Wärmeaustausch unter Durchleitung der Polymerlösung durch Wärmetauscher mit nachgeschaltetem Abscheider, dadurch gekennzeichnet, dass
- 5
- a) zunächst in einer einzigen Stufe oder mehreren einzelnen Stufen die Polymerlösung mit einem Polymeranteil von 5 bis 20 Gew.-% in einer Kombination aus Rohrbündelwärmetauscher und einem Dünnschichtverdampfer, oder einem Schlangenrohrverdampfer oder in einem Rohrbündelwärmetauscher jeweils mit nachgeschaltetem Abscheider bei einer Temperatur von 100 bis 250°C auf 60 bis 75 Gew.-% aufkonzentriert wird, wobei der Druck im Abscheider von etwa 0,1 bis 0,4 MPa beträgt,
- 10
- 15
- b) in einer weiteren Stufe die Polymerlösung in einem Rohrbündelwärmetauscher mit nachgeschaltetem Abscheider bei einer Temperatur von 130 bis 350°C von 60 bis 75 Gew.-% auf mindestens 95 Gew.-% aufkonzentriert wird, wobei der Rohrbündelwärmetauscher vertikale, beheizte gerade Rohre mit oder ohne eingebauten statischen Mischern mit einem inneren Durchmesser von 5 bis 30 mm und einer Länge von 0,5 bis 4 m aufweist und der Durchsatz je Wärmetauscherrohr durch die Rohre 5 bis 30 kg/h beträgt bezogen auf das Polymer, wobei der Druck im Abscheider von 3 kPa bis 0,1 MPa beträgt und wobei in eine dem Abscheider nachgeschaltete Austragsvorrichtung auf der Saugseite ein Schleppmittel eingetragen wird, und
- 20
- 25
- c) das entgaste Polymer anschließend isoliert und ggfs. granuliert wird.
- 30

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Schleppmittel Stickstoff (N_2) verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das
5 Polymer der Polymerlösung ein thermoplastisches Polymer ausgewählt aus der Reihe: Polycarbonat, Polystyrol, Polyphenylensulfid, Polyurethan, Polyamid, Polyester, Polyacrylat, Polymethacrylat, ein SAN-Harz oder ein Copolymer oder eine Mischung aus diesen Polymeren ist.
- 10 4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Polymer ein Polycarbonat ist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösungsmittel Methylenchlorid oder ein Gemisch aus Chlorbenzol und
15 Methylenchlorid ist.
6. Vorrichtung zum Eindampfen von Polymerlösungen durch indirekten Wärmeaustausch unter Durchleitung der Polymerlösung durch Wärmetauscher mit nachgeschaltetem Abscheider, dadurch gekennzeichnet, dass
20
 - a) eine erste Stufe einen Rohrbündelwärmetauscher und/oder Schlangengerührverdampfer (3) jeweils mit nachgeschaltetem Abscheider (4) aufweist,
 - 25 b) eine weitere Stufe einen Rohrbündelwärmetauscher (7) mit nachgeschaltetem Abscheider (8) aufweist, wobei der Rohrbündelwärmetauscher (7) vertikale beheizte gerade Rohre mit einem inneren Durchmesser von 5 bis 30 mm und einer Länge von 0.5 bis 4 m aufweist und

- c) jeder Stufe eine Austragsvorrichtung (6, 9) zum Transport der Polymerlösung nachgeschaltet ist, wobei auf der Saugseite der Austragsvorrichtung der weiteren Stufe ein Schleppmittel eingetragen wird.

- 5 7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet dass die erste Stufe a) in einem Rohrbündelwärmetauscher durchgeführt wird/werden, der Wärmetauscherrohre für die Polymerlösung mit einem inneren Durchmesser von 5 bis 30 mm und mit einer Länge von 0,5 bis 5 m aufweist und wobei der Durchsatz durch die Wärmetauscherrohre je Rohr 5 bis 30 kg/h bezogen auf
10 das Polymer beträgt.
8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass als Austragsvorrichtung (6, 9) eine Zahnradpumpe verwendet wird.
- 15 9. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass als Austragsvorrichtung eine Fangpumpe verwendet wird.
10. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass als Austragsvorrichtung eine Austragswalze verwendet wird.
- 20 11. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass eine Stopfbuchse oder eine Wellenabdichtung der Zahnradpumpe so ausgebildet ist, dass dort der Schleppmitteleintrag erfolgen kann.
- 25 12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass alle von der Polymerlösung oder dem geschmolzenen Polymer berührten Teile der Trocknungsvorrichtung aus eisenarmem Werkstoff gefertigt sind.
- 30 13. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass der eisenarme Werkstoff ausgewählt ist aus der Reihe: Alloy 59 (2.4605), Inconell 686

(2.4606), Alloy-B2, Alloy C-22, Alloy-C276, Alloy-C4, Alloy B2, Alloy B3, Alloy B4.

5 14. Polycarbonat behandelt nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, gekennzeichnet durch einen Restgehalt an Bisphenol A (BPA) von kleiner 5 ppm.

10 15. Polycarbonat nach Anspruch 14, gekennzeichnet durch einen Restgehalt an Bisphenol A (BPA) von kleiner 2 ppm.

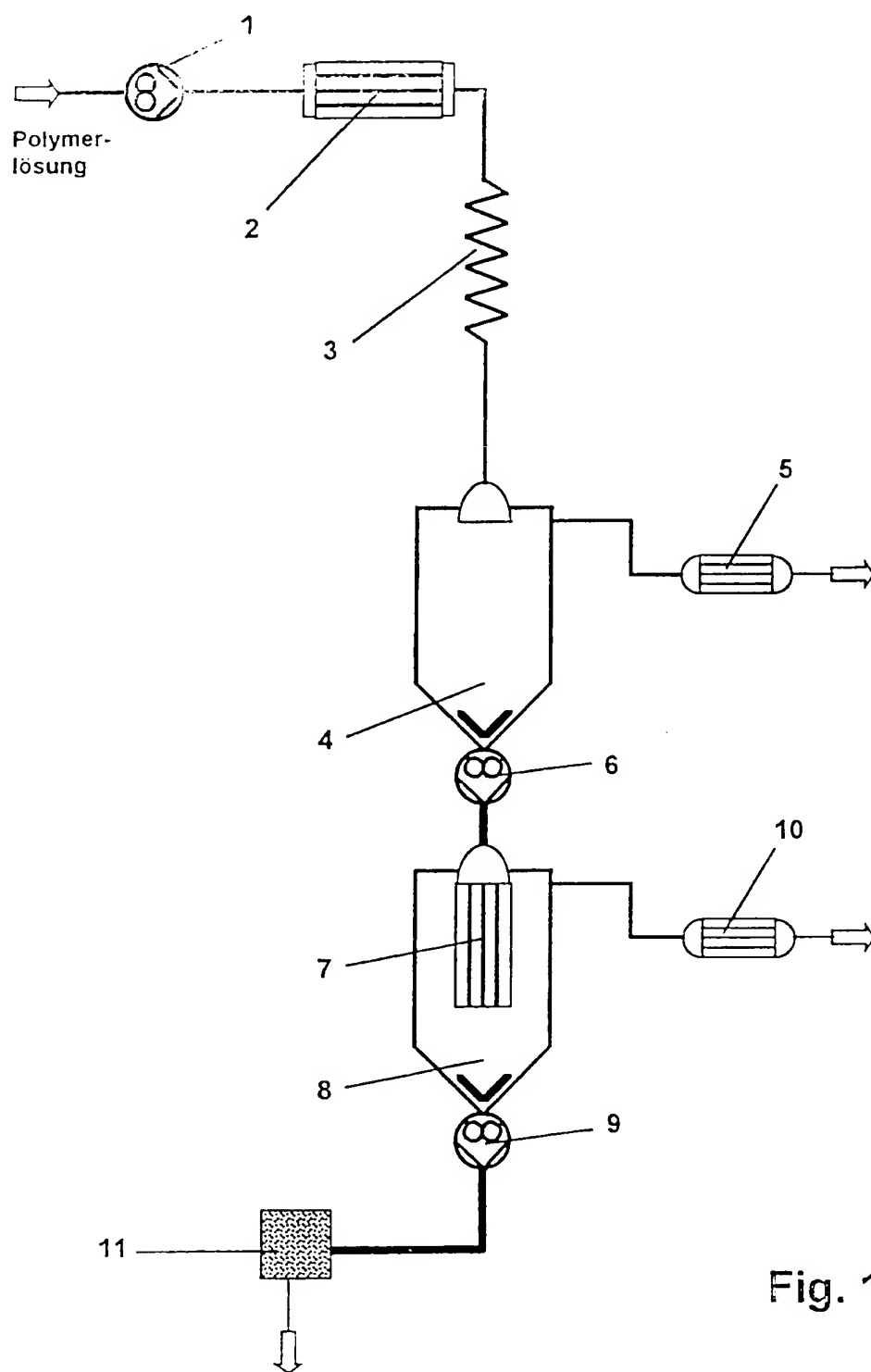


Fig. 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 00/03216

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B01D3/06 B01D19/00 C08G64/40

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B01D C08G

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

CHEM ABS Data, EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| X | EP 0 709 421 A (BAYER AG) 1 May 1996 (1996-05-01) page 5, line 42 - line 43 example 5 --- | 1, 2, 14, 15 |
| X | EP 0 334 314 A (MITSUBISHI GAS CHEMICAL CO) 27 September 1989 (1989-09-27) Tabelle 1 --- | 14, 15 |
| A | EP 0 352 727 A (MONTEDIPE SRL) 31 January 1990 (1990-01-31) page 3, line 52 page 4, line 2 - line 8 page 4, line 40 - line 48 page 5, line 24 - page 6, line 32 claims --- -/- | 1-10 |



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

B document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

2 August 2000

Date of mailing of the international search report

11/08/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 58*8 Patentaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hoepfner, W

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 00/03216

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
|--|--|-----------------------|
| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| A | <p>EP 0 723 029 A (KRUPP VDM GMBH) 24 July 1996 (1996-07-24) claims</p> <p>-----</p> | 6, 12, 13 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/03216

| Patent document cited in search report | | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---|---------------------|---|--|
| EP 0709421 | A | 01-05-1996 | DE 4438545 A CN 1129716 A JP 8208828 A | 02-05-1996 28-08-1996 13-08-1996 |
| EP 0334314 | A | 27-09-1989 | JP 1242621 A US 4918160 A | 27-09-1989 17-04-1990 |
| EP 0352727 | A | 31-01-1990 | IT 1226303 B AT 99557 T AU 3892389 A BR 8903692 A CA 1337369 A DE 68912014 D DE 68912014 T ES 2049782 T JP 2175703 A JP 2790191 B KR 136277 B SU 1838328 A US 5084134 A | 27-12-1990 15-01-1994 01-02-1990 17-04-1990 17-10-1995 17-02-1994 28-04-1994 01-05-1994 09-07-1990 27-08-1998 25-04-1998 30-08-1993 28-01-1992 |
| EP 0723029 | A | 24-07-1996 | DE 4446266 C AT 167703 T AU 693609 B AU 3772295 A CA 2164403 A DE 59502651 D ES 2118487 T JP 2992226 B JP 8225872 A KR 188555 B ZA 9510324 A | 14-08-1996 15-07-1998 02-07-1998 04-07-1996 24-06-1996 30-07-1998 16-09-1998 20-12-1999 03-09-1996 01-06-1999 21-06-1996 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/03216

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 B01D03/06 B01D19/00 C08G64/40

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 B01D C08G

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

CHEM ABS Data, EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|---|--------------------|
| X | EP 0 709 421 A (BAYER AG) 1. Mai 1996 (1996-05-01) Seite 5, Zeile 42 - Zeile 43 Beispiel 5 --- | 1,2,14, 15 |
| X | EP 0 334 314 A (MITSUBISHI GAS CHEMICAL CO) 27. September 1989 (1989-09-27) Tabelle 1 --- | 14,15 |
| A | EP 0 352 727 A (MONTEDIPE SRL) 31. Januar 1990 (1990-01-31) Seite 3, Zeile 52 Seite 4, Zeile 2 - Zeile 8 Seite 4, Zeile 40 - Zeile 48 Seite 5, Zeile 24 -Seite 6, Zeile 32 Ansprüche --- -/-- | 1-10 |

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindenscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindenscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

2. August 2000

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

11/08/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Hoepfner, W

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/03216

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|--|--------------------|
| A | <p>EP 0 723 029 A (KRUPP VDM GMBH) 24. Juli 1996 (1996-07-24) Ansprüche</p> <p>-----</p> | 6, 12, 13 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/03216

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| EP 0709421 A | 01-05-1996 | DE 4438545 A | 02-05-1996 |
| | | CN 1129716 A | 28-08-1996 |
| | | JP 8208828 A | 13-08-1996 |
| EP 0334314 A | 27-09-1989 | JP 1242621 A | 27-09-1989 |
| | | US 4918160 A | 17-04-1990 |
| EP 0352727 A | 31-01-1990 | IT 1226303 B | 27-12-1990 |
| | | AT 99557 T | 15-01-1994 |
| | | AU 3892389 A | 01-02-1990 |
| | | BR 8903692 A | 17-04-1990 |
| | | CA 1337369 A | 17-10-1995 |
| | | DE 68912014 D | 17-02-1994 |
| | | DE 68912014 T | 28-04-1994 |
| | | ES 2049782 T | 01-05-1994 |
| | | JP 2175703 A | 09-07-1990 |
| | | JP 2790191 B | 27-08-1998 |
| | | KR 136277 B | 25-04-1998 |
| | | SU 1838328 A | 30-08-1993 |
| | | US 5084134 A | 28-01-1992 |
| EP 0723029 A | 24-07-1996 | DE 4446266 C | 14-08-1996 |
| | | AT 167703 T | 15-07-1998 |
| | | AU 693609 B | 02-07-1998 |
| | | AU 3772295 A | 04-07-1996 |
| | | CA 2164403 A | 24-06-1996 |
| | | DE 59502651 D | 30-07-1998 |
| | | ES 2118487 T | 16-09-1998 |
| | | JP 2992226 B | 20-12-1999 |
| | | JP 8225872 A | 03-09-1996 |
| | | KR 188555 B | 01-06-1999 |
| | | ZA 9510324 A | 21-06-1996 |